

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-315903

(43)Date of publication of application : 09.12.1997

(51)Int.Cl.

A01N 25/12
A01N 25/08
A01N 25/22
A01N 25/26
A01N 37/38
// (A01N 37/38
A01N 37:36)

(21)Application number : 08-156306

(71)Applicant : HOKKO CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 29.05.1996

(72)Inventor : YAGYU NORIHIDE
KUNITACHI TOMOYUKI
YONEMURA SHINJI

(54) GRANULAR AGROCHEMICAL HAVING IMPROVED STORAGE STABILITY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a granular agrochemical having an improved storage stability, capable of preventing an active ingredient of the agrochemical from degrading with time when storing it and thereby improving the storage stability by forming an inner core comprising one or more kinds of active ingredients of the agrochemical and attaching particles obtained by blending an active ingredient of an agrochemical different from the active ingredient used in the inner core on the inner core.

SOLUTION: This granular agrochemical having improved storage stability is obtained by producing an inner core comprising one or more kinds of active ingredients of the agrochemical, a binder and a solid carrier, preferably coating the surface of the inner core with a film-forming material such as polyvinyl alcohol and attaching particles comprising the solid carrier and an active ingredient of the agrochemical different from the active ingredient of the agrochemical included in the core. Butachlor, phenothiol, diazinon, acephate, etc., are exemplified as the active ingredient. Polyvinyl alcohol, a starch, a dextrin, etc., are exemplified as the binder. A clay, a talc, a bentonite, etc., are exemplified as the solid carrier. A mixed granular agrochemical which cannot be prepared because of its undesirable stability can be prepared by this method.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-315903

(43) 公開日 平成9年(1997)12月9日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 0 1 N	25/12		A 0 1 N	25/12
	25/08			25/08
	25/22			25/22
	25/26			25/26
	37/38			37/38
審査請求 未請求 請求項の数4 F D (全 8 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号	特願平8-156306	(71) 出願人	000242002 北興化学工業株式会社 東京都中央区日本橋本石町4丁目4番20号
(22) 出願日	平成8年(1996)5月29日	(72) 発明者	柳生 憲秀 神奈川県藤沢市亀井野1850-13
		(72) 発明者	国立 朋之 神奈川県厚木市戸田2385番地 北興化学寮
		(72) 発明者	米村 伸二 神奈川県厚木市岡田1-8-11-205

(54) 【発明の名称】 貯蔵安定性の向上した農薬粒剤およびその製法

(57) 【要約】

【課題】 混合して粒剤とすると、いずれか一方または互いに分解を受ける、異なる2種またはそれ以上の農薬活性成分であっても、長期間にわたり農薬活性成分の貯蔵安定性のよい農薬粒剤を提供すること。

【解決手段】 1種または2種以上の農薬活性成分、結合剤および固体担体とからなる粒子を内核とし、その表面に固体担体と内核に含まれる農薬活性成分とは異なる農薬活性成分とからなる粒子を外郭として付着させてなることを特徴とする、貯蔵安定性の向上した農薬粒剤。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】1種または2種以上の農薬活性成分、結合剤および固体担体とからなる粒子を内核とし、その表面に固体担体と内核に含まれる農薬活性成分とは異なる農薬活性成分とからなる粒子を外郭として付着させてなることを特徴とする、貯蔵安定性の向上した農薬粒剤。

【請求項2】1種または2種以上の農薬活性成分、結合剤および固体担体とからなる粒子状の内核を製造し、その表面に固体担体と内核に含まれる農薬活性成分とは異なる農薬活性成分とからなる粒子を外郭として付着させることを特徴とする、貯蔵安定性の向上した農薬粒剤の製法。

【請求項3】1種または2種以上の農薬活性成分、結合剤および固体担体とからなる粒子を内核とし、これをフィルム形成物質で被覆し、その表面に固体担体と内核に含まれる農薬活性成分とは異なる農薬活性成分とからなる粒子を外郭として付着させてなることを特徴とする、貯蔵安定性の向上した農薬粒剤。

【請求項4】1種または2種以上の農薬活性成分、結合剤および固体担体とからなる粒子状の内核を製造し、これにフィルム形成物質を被覆し、その表面に固体担体と内核に含まれる農薬活性成分とは異なる農薬活性成分とからなる粒子を外郭として付着させることを特徴とする、貯蔵安定性の向上した農薬粒剤の製法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、異なる種類の農薬活性成分を2種あるいはそれ以上含有してなる農薬混合粒剤において、貯蔵時の農薬活性成分の経時的な分解を防止して安定性を向上させた農薬粒剤と、その製法を提供することに関する。

【0002】

【従来の技術】従来より農薬活性成分の安定化をはかるには、主として農薬活性成分ごとに安定化剤、補助剤、増量剤の種類や添加量などを色々変えるなどして検討されてきた。特に異なる2種またはそれ以上の農薬活性成分を含む混合製剤では、含有するすべての農薬活性成分が同時に安定化することが必要であり、なおかつそれらの持つ農薬としての活性を十分に発揮するものでなくてはならない。

【0003】そのため、このような要件を満たした混合製剤を得るには、従来は、農薬活性成分が異なるつど、それぞれ農薬活性成分ごとに安定化剤、補助剤、増量剤など色々な分野で検討する必要であったが、どのような農薬活性成分でも、単剤を使用したときと同程度の安定性を確保できるとは限らなかった。

【0004】また、このような2種の農薬活性成分の混合製剤の安定化をはかるための方法として、次の方法が提案されている。

【0005】(1) 特開平6-145004号公報

2

単剤または複合剤（混合剤）を樹脂と混合し、被覆し多層構造としてなる農薬。

【0006】(2) 特開平6-298604号公報
農薬活性成分、炭酸塩および固体酸を含む発泡性農薬錠剤において、該錠剤が2層以上の構造を有し、各層が異なる農薬活性成分を含有することを特徴とする農薬錠剤。

【0007】(3) 特開昭59-170002号公報
少なくとも一方が固形の互いに配合忌避の成分組み合わせにおいて、固形成分を常温で固状の水溶性ワックスで溶融被覆した固形製剤。

【0008】(4) 特開昭49-1731号公報
農薬活性成分を含有する粒状物の表面を、他の農薬活性成分を含有するろう状物質で被覆、または当該粒状物の表面をろう状物質で被覆後他の農薬活性成分を該ろう状物質に担持させた粒状農薬。

【0009】(5) 特公昭45-12880号公報
吸液性に富む農薬成分含有核形成用粉末に農薬成分を含有する液状物質を混合吸着させて粉末状の農薬成分含有核をつくり、該農薬成分含有核に吸液性に富む保護層形成用粉末を混合し該農薬成分含有核の周辺に付着させた農薬成分含有核と、他の農薬成分を含有する粉末状物質を混合後造粒することを特徴とする複合農薬粒剤の製造方法。

【0010】しかしながら、これらの方法も一長一短がある。したがって、方法が簡単であり、より多くの農薬活性成分に適用しうる混合製剤の技術の開発が望まれている。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、混合するといずれか一方が、もしくは両方ともが経時的に分解するような農薬活性成分を含む農薬混合粒剤であって、その製造直後より長期間にわたり農薬活性成分の貯蔵安定性のよい農薬粒剤の開発を目的としている。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、これらの課題を解決すべく鋭意研究した。その結果、1種または2種以上の農薬活性成分と結合剤および固体担体とからなる粒子を内核（粒剤の内側の中心部の農薬核となる部分の意味に用いる）とし、その表面に内核に含まれる農薬活性成分とは異なる農薬活性成分と結合剤および固体担体（内核と同一または相異なってもよい）とからなる粒子を外郭（外層、外側の表面等の意味で用いる）として付着させて粒剤とすることにより、単純に混合して粒剤とすると互いに分解を受ける、異なる2種またはそれ以上の農薬活性成分を含む場合であっても、長期間にわたる貯蔵でもほとんど分解せず安定に存在することが分かった。

【0013】このような本発明をさらに研究したところ、内核粒子をあらかじめフィルム形成物質で被覆した

後に外部粒子を付着させて粒剤とすることにより、より一層の経時的安定化をはかることができることが分かった。

【0014】すなわち、1種または2種以上の農薬活性成分と結合剤および固体担体からなる内核粒子を製造し、この表面をポリビニルアルコールなどのフィルム形成物質で被覆したのち、その表面に上記したと同様な内核粒子を付着させて粒剤とすることにより、このようなフィルム形成物質で被覆していない場合に比べて、より一層の貯蔵中の安定化をはかれることが分かった。

【0015】本発明は、このような知見によりなされたものである。

【0016】

【発明の実施の形態】本発明の農薬粒剤の特徴は、互いの活性成分の安定性に悪影響を及ぼしあう2種またはそれ以上の農薬活性成分を含む農薬粒剤であって、それぞれの農薬活性成分を内核と外郭に隔離して含有し、直接的な接触を少なくして粒剤としたものである。

【0017】また、農薬活性成分の隔離をより確実に行う必要がある場合は、内核粒子の表面に水溶性高分子、或いは樹脂類などを被覆（コーティング）してから、その表面に外郭粒子を付着させて粒剤としたものである。

【0018】本発明でいう農薬粒剤とは、粒径、形状は特に限定されるものではなく、農薬製剤の分野で一般的に粒剤といわれるもののほか、微粒剤、丸薬、錠剤などのいかなるものでもよい。

【0019】次に、本発明に係る農薬粒剤の調製方法を詳しく説明するが、本発明の農薬粒剤の調製方法は特定の方法には限定されず、農薬粒剤を調製する従来より知られた、転動造粒方法、押し出し造粒方法などで調製できる。

【0020】（1）転動造粒方法：例えば次の工程①～⑥から成る方法によって調製できる。

【0021】工程①：内核となる粒子を調製するには、農薬活性成分および固体担体ならびに必要な界面活性剤などの他の補助剤と一緒に転動造粒機に入れ、転動混合して粉末状原料を得る。

【0022】工程②：この粉末状原料に適当量の水に溶解した結合剤を加えて行き、転動造粒機にて目標の粒度分布をもつ粒子を得るように転動造粒を行い、粒状物を得る。

【0023】工程③：この粒状物を乾燥させ、必要ならばこの粒状物の表面にフィルム形成物質をスプレーして、乾燥させ、内核粒とする。

【0024】工程④：外郭の原料は、農薬活性成分、結合剤および固体担体ならびに必要な界面活性剤などの他の補助剤と一緒にハンマーミルで混合し、粉末状原料を得る。

【0025】工程⑤：工程④で準備した外郭の粉末状原料を、内核粒の入っている転動造粒機の中に入れ、適当

量の水に溶解した結合剤を加えて行き、転動造粒機で目標の粒度分布をもつ粒子となるようにさらに転動造粒を行い、粒剤を得る。

【0026】工程⑥：この粒剤を乾燥させ、本発明の貯蔵安定性の改良された農薬固形粒剤とする。

【0027】（2）混練押し出し造粒方法：例えば次の工程①～⑤から成る方法によって調製できる。

【0028】工程①：内核となる粒子を調製するには、農薬活性成分、結合剤および固体担体ならびに必要な界面活性剤などの他の補助剤と一緒にハンマーミルで混合し、粉末状の原料を得る。

【0029】工程②：この粉末状原料に、フィルム形成物質と適当量の水を加えて行き、双腕ニーダーにてよく混練後、φ0.4mmのバスケット型押し出し造粒機にて造粒後、整粒し乾燥させ、粒状物を得る。

【0030】工程③：外郭の原料は、農薬活性成分、結合剤及び固体状担体ならびに必要な界面活性剤などの他の補助剤と一緒にハンマーミルで混合し、粉末状原料を得る。

【0031】工程④：工程③で準備した粉末状原料を双腕ニーダーに入れ、適当量の水を加えて行き、双腕ニーダーにてよく混練後、工程②で準備した粒状物を加え、さらによく混練後、φ1.0mmのバスケット型押し出し造粒機にて造粒後、整粒し、粒剤を得る。

【0032】工程⑤：この粒剤を乾燥させ、篩別後、本発明の貯蔵安定性の改良された農薬粒剤とする。

【0033】本発明の農薬粒剤は、内核および外郭にそれぞれ異なる農薬活性成分を含有させてなるが、内核または外郭の中には、同種または異種のものであって互いに悪影響を与えない農薬活性成分なら2種以上混在してもさしつかえない。本発明で「1種または2種以上の農薬活性成分」の「2種以上」とは、このことを意味する。

【0034】本発明に使用できる農薬活性成分としては、たとえば次のものが挙げられる。

【0035】殺菌剤としての例

塩基性硫酸銅、塩基性塩化銅、水酸化第二銅、オキシ銅、ノニルフェノールスルホン銅、DBEDC、テレフタル酸銅、ジネブ、マンネブ、マンゼブ、アンバム、ポリカーバメート、有機ニッケル、プロピネブ、ジラム、チウラム、チアジアジン、キャプタン、TPN、フサライド、IBP、EDDP、トルクロホスメチル、ピラゾホス、ホセチル、チオファネートメチル、ベノミル、カルベンダゾール、チアベンダゾール、イプロジオン、ピンクロゾリン、プロシミドン、フルオルイミド、オキシカルボキシ、メプロニル、フルトラニル、テクロフタラム、ベンシクロン、メタラキシル、オキサジキシル、トリアジメホン、ピテルタノール、ミクロブタニル、ヘキサコナゾール、プロピコナゾール、ジフェノコナゾール、イブコナゾール、イミベンコナゾール、トリフルミ

5

ゾール、ブクロラズ、ペフラゾエート、フェナルリモル、ピリフェノックス、トリホリン、有機ヒ素、ジチアノン、DPC、ジメチリモール、フルスルファミド、ベンチアゾール、ジクロメジン、トリアジン、フェリムゾン、フルアジナム、ジエトフェンカルブ、プロベナゾール、メソプロチオラン、トリシクラゾール、ピロキロン、オキシロニック酸、イミノクタジン酢酸塩、プロバモカルブ塩酸塩、プラストサイジンS、カスガマイシン、ポリオキシシン、バリダマイシンA、ストレプトマイシン、オキシテトラサイクリン、ミルディオマイシン、PCNB、ヒドロキシイソキサゾール、エクロメゾール、ダゾメット、クロロネブ、メタスルホカルブ、など。

【0036】殺虫剤としての例

CYP、MPP、MEP、ECP、ピリミホスメチル、ダイアジノン、キナルホス、イソキサチオン、ピリダフェンチオン、クロルピリホスメチル、クロルピリホス、ESP、バミドチオン、マラソン、PAP、ジメトエート、ホルモチオン、チオメトン、エチルチオメトン、ホサロン、PMP、DMTP、プロチオホス、スルプロホス、プロフェノホス、ピラクロホス、DDVP、モノクロトホス、BRP、CVMP、ジメチルビンホス、CVP、プロパホス、アセフェート、イソフェンホス、DEP、EPN、エチオン、NAC、MTMC、MIPC、BPMC、PHC、XMC、エチオフエンカルブ、ベンダイオカルブ、ピリミカーブ、カルボスルファン、ベンフラカルブ、メソミル、オキサミル、チオジカルブ、アラニカルブ、アレスリン、レスメトリン、テフルトリン、ピフェントリン、ベルメトリン、シベルメトリン、シハロトリン、シフルトリン、フェンプロパトリン、トラロメトリン、シクロプロトリン、フェンバレレート、フルシトリネート、フルバリネート、エトフェンブロックス、カルタップ、チオシクラム、ベンスルタップ、ジフルベンズロン、テフルベンズロン、クロルフルアズロン、フルフェノクスロン、テプフェノジド、ブプロフェジン、フェノキシカルブ、ベンゾエピン、イミダクロブリド、メタアルデヒド、ピレトリン、デリス、CPCBS、ケルセン、フェニソプロモレート、テトラジホン、BPPS、キノメチオネート、アミトラズ、ベンゾメート、フェノチオカルブ、ヘキシチアゾクス、酸化フェンブタスズ、ジエノクロル、フェンピロキシメート、デプフェンピラド、フルアジナム、ピリダベン、クロフェンテジン、ポリナクチン複合体、ミルベメクチン、DCIP、メチルチオシアネート、エトプロホス、メスルフォンフェス、ホスチアゼート、酒石酸モランテル、塩酸レバミゾール、など。

【0037】除草剤としての例

2, 4-PA、MCP、MCPB、MCP P、トリクロピル、フェノチオール、クロメプロップ、ナプロアニリド、フェノキサプロップエチル、フルアジホップ、キサ

6

ロホップエチル、CNP、クロメトキシニル、ピフェノックス、IPC、フェンメディファム、MBPMC、ベンチオカーブ、オルソベンカーブ、エスプロカルブ、モリネート、ジメビベレート、ピリブチカルブ、DCPA、アラクロール、ブタクロール、プレチラクロール、メトラクロール、テニルクロール、プロモブチド、メフェナセット、ナプロパミド、ジフェナミド、プロビザミド、イソキサベン、アシュラム、DCMU、リニュロン、シデュロン、ダイムロン、メチルダイムロン、カルブチレート、イソウロン、チアザフルロン、エチジムロン、テプチウロン、ベンスルフロメチル、ピラゾスルフロエチル、フラザスルフロ、チフェンスルフロメチル、イマゾスルフロ、メトスルフロメチル、CAT、アトラジン、シメトリン、アメトリン、プロメトリン、ジメタメトリン、シアナジン、ヘキサジノン、メトリブジン、ターバシル、プロマシル、レナシル、PAC、ベンタゾン、ダゾメット、ピリデート、オキサジアゾン、ピラゾレート、ピラゾキシフェン、ベンゾフェナップ、パラコート、ジクワット、トリフルラリン、ベスロジン、プロジアミン、ペンディメタリン、MDBA、ピクロラム、イマザピル、イマザキンアンモニウム塩、ジチオピル、TCTP、DPA、テトラピオン、ピペロホス、アミプロホスメチル、ブタミホス、SAP、グリホサート、グリホサートアンモニウム塩、グリホサートトリメシウム塩、グリホサートナトリウム塩、ピアラホス、グリホシネート、アイオキシニル、DBN、DCBN、アロキシジム、セトキシジム、ACN、クロルフタリム、シンメチリン、ベンフレセート、塩素酸塩、シアン酸塩、など。

【0038】これらの農薬活性成分の製剤中への添加量は、特に限定されるものではないが、一般的には全量の0.1～50%（重量%）であり、農薬活性成分の種類により、10アール当たりの必要処理量となるように添加すればよい。

【0039】なお、これらの農薬活性成分名は、「農薬ハンドブック 1994年版（社団法人 日本植物防疫協会発行）」に記載の一般名である。

【0040】本発明に使用されるフィルム形成物質としては、例えば、ポリビニルアルコール、澱粉、酸化澱粉、エーテル化澱粉、デキストリン、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、アルギン酸ナトリウムなどが、そしてアクリル系、酢酸ビニル系、塩化ビニル系、エポキシ系などの樹脂類としては、酢酸ビニルエマルジョン、酢酸ビニルエチレン共重合体エマルジョン、酢酸ビニルエチレン塩化ビニル共重合体エマルジョン、エチレン塩化ビニル共重合体エマルジョン、などが挙げられ、これらは1種またはそれ以上を併用できる。

【0041】本発明に配合される界面活性剤としては、農薬粒剤に通常使用される非イオン性界面活性剤、陰イオン性界面活性剤、陽イオン界面活性剤および両性界面活性剤などが挙げられる。このような例を示せば次のものが挙げられる。

【0042】非イオン界面活性剤の例

アルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアリアルエーテル、ポリオキシエチレンスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエステル、ポリオキシエチレンソルビタンアルキレート、ポリオキシエチレンフェニルエーテルポリマー、ポリオキシエチレンアリアルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキレングリコール、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマー、など。

【0043】陰イオン界面活性剤の例

リグニンスルホン酸塩、アルキルアリアルスルホン酸塩、ジアルキルスルホサクシネート、ポリオキシエチレンアルキルアリアルエーテルサルフェート、アルキルナフタレンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンスチリルフェニルエーテルサルフェート、など。

【0044】陽イオン界面活性剤および両性界面活性剤の例

アルキルアミン塩、第四級アンモニウム塩アルキルベタイン、アミノオキサイド、など。

【0045】本発明では、これらの界面活性剤の1種またはそれ以上を併用できる。

【0046】本発明に配合される結合剤、固体担体は特に限定されず、次のものが挙げられる。

【0047】例えば結合剤としては、ポリビニルアルコール、澱粉、デキストリン、カルボキシメチルセルロース、ポリビニルピロリドン、アルギン酸ナトリウム、リグニンスルホン酸ナトリウム、リグニンスルホン酸カルシウムなどが挙げられ、1種またはそれ以上を併用できる。

【0048】また、固体担体としては、クレイ、珪石、タルク、ベントナイト、炭酸カルシウム、軽石、ケイソウ土、パーミキュライト、パーライト、アタパルジャイトおよび非晶質含水珪酸などが挙げられ、通常農薬粉剤や粒剤に利用される、いわゆる増量剤や担体が1種またはそれ以上を併用できる。

【0049】また、本発明の農薬粒剤は、本発明の目的と効果を損なわない範囲内で、各種の添加剤（物理性改良剤、など）を用いて粒剤となすこともできる。

【0050】

【本発明の実施の形態】

【実施例】次に実施例により本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0051】なお、以下に「部」とあるのはすべて重量部を意味する。

【0052】実施例 1

ラウリル硫酸ナトリウム 0.2部、ホワイカーボン 5.0部およびタルク 82.8部と一緒に転動造粒機〔奈良式LMA-10型、(株)奈良機械製作所製；以下の実施例、比較例でも同じものを使用。〕に入れ、転動混合しながらブタクロール原体 9.0部をスプレーして粉末状原料を得る。この粉末状原料に、16部の水に溶解したポリビニルアルコール 3.0部を加えて行き、転動造粒機にて粒径 ϕ 0.5~1.0mmの粒度分布をもつ粒子を得るように転動造粒を行って粒状物を得、乾燥させて活性成分としてブタクロールを 9.0%含む内核粒子100部を得た。

【0053】外郭の原料粉末は、フェノチオール原体 4.2部をホワイカーボン 3.0部に吸着させて、これとラウリル硫酸ナトリウム 0.2部、リグニンスルホン酸塩 3.0部、ベントナイト 30.0部およびタルク 59.6部と一緒にハンマーミルで混合し、活性成分としてフェノチオールを 4.2%含む粉末状原料100部を得る。この粉末状原料 50部を、内核粒子が 50部入っている転動造粒機の中に入れ、これに 11部の水を加えて行き、転動造粒機にて粒径 ϕ 0.8 ~ 1.5mm の粒度分布をもつ粒子を得るように転動造粒を行い、外郭50部を内核粒子50部にコーティングした粒状物を得、乾燥させて、活性成分としてフェノチオール 2.1%とブタクロール 4.5%を含む除草混合粒剤100部を得た。

【0054】実施例 2

ラウリル硫酸ナトリウム 0.2部、ホワイカーボン 5.0部およびタルク 81.8部と一緒に転動造粒機に入れ、転動混合しながらブタクロール原体 9.0部をスプレーして粉末状原料を得る。この粉末状原料に、16部の水に溶解したポリビニルアルコール 3.0部を加えて行き、転動造粒機にて粒径 ϕ 0.5~1.0mmの粒度分布をもつ粒子を得るように転動造粒を行って粒状物を得、乾燥させる。そして、酢酸ビニルエチレン共重合体エマルジョンを有効成分量で 1.0部スプレーして乾燥することにより、活性成分としてブタクロールを 9.0%含む内核粒子100部を得た。

【0055】外郭の原料粉末は、フェノチオール原体 4.2部をホワイカーボン 3.0部に吸着させて、これとラウリル硫酸ナトリウム 0.2部、リグニンスルホン酸塩 3.0部、ベントナイト 30.0部およびタルク 59.6部と一緒にハンマーミルで混合し、活性成分としてフェノチオールを 4.2%含む粉末状原料100部を得る。この粉末状原料 50部を、内核粒子が 50部入っている転動造粒機の中に入れ、これに 11部の水を加えて行き、転動造粒機にて粒径 ϕ 0.8 ~ 1.5mm の粒度分布をもつ粒子を得るように転動造粒を行い、外郭50部を内核粒子50部にコーティングした粒状物を得、乾燥させて、活性成分としてフェノチオール 2.1%とブタクロール 4.5%を含む除草混合粒剤100部を得た。

5%を含む除草混合粒剤100部を得た。

【0056】実施例3

ホワイトカーボン 8.0部およびクレー 83.0部を一緒に転動造粒機に入れ、転動混合しながらダイアジノン原体 6.0部をスプレーして粉末状原料を得る。この粉末状原料に、15部の水に溶解したポリビニルアルコール 3.0部を加えて行き、転動造粒機にて粒径 $\phi 0.5 \sim 1.0$ mm の粒度分布をもつ粒子を得るように転動造粒を行い、粒状物を得、乾燥させて活性成分としてダイアジノン 6.0%を含む内核粒子100部を得た。

【0057】外郭の原料粉末は、アセフェート原末 10.0部、ラウリル硫酸ナトリウム0.2部、リグニンスルホン酸塩 3.0部、ポリビニルアルコール 3.0部およびクレー 83.8部を一緒にハンマーミルで混合し、活性成分としてアセフェート 10.0%を含む粉末状原料100部を得る。この粉末状原料50部を、内核粒子が50部入っている転動造粒機の中に入れ、これに11部の水を加えて行き、転動造粒機にて粒径 $\phi 0.8 \sim 1.5$ mm の粒度分布をもつ粒子を得るように転動造粒を行い、外郭 50部を内核粒子50部にコーティングした粒状物を得、乾燥させて活性成分としてアセフェート 5.0%とダイアジノン 3.0%を含む農薬混合粒剤100部を得た。

【0058】実施例4

ホワイトカーボン 8.0部およびクレー 82.0部を一緒に転動造粒機に入れ、転動混合しながらダイアジノン原体 6.0部をスプレーして粉末状原料を得る。この粉末状原料に、15部の水に溶解したポリビニルアルコール 3.0部を加えて行き、転動造粒機にて粒径 $\phi 0.5 \sim 1.0$ mm の粒度分布をもつ粒子を得るように転動造粒を行い、粒状物を得、乾燥させる。そして、酢酸ビニルエマルジョンを有効成分量で 1.0部スプレーして、乾燥することにより、活性成分としてダイアジノン 6.0%を含む内核粒子100部を得た。

【0059】外郭の原料粉末は、アセフェート原末 10.0部、ラウリル硫酸ナトリウム0.2部、リグニンスルホン酸塩 3.0部、ポリビニルアルコール 3.0部およびクレー 83.8部を一緒にハンマーミルで混合し、活性成分としてアセフェート 10.0%を含む粉末状原料100部を得る。この粉末状原料50部を、内核粒子が50部入っている転動造粒機の中に入れ、これに11部の水を加えて行き、転動造粒機にて粒径 $\phi 0.8 \sim 1.5$ mm の粒度分布をもつ粒子を得るように転動造粒を行い、外郭 50部を内核粒子50部にコーティングした粒状物を得、乾燥させて活性成分としてアセフェート 5.0%とダイアジノン 3.0%を含む殺虫混合粒剤100部を得た。

【0060】実施例5

アセフェート原末 20.0部、ラウリル硫酸ナトリウ

ム 0.2部、リグニンスルホン酸塩 5.0部、ポリビニルアルコール 5.0部およびクレー 69.8部を一緒にハンマーミルで混合し、活性成分としてアセフェート 20.0%を含む粉末状原料100部を得た。この粉末状原料を双腕ニーダーに入れ、これに13部の水を加えて双腕ニーダーにてよく混練後、 $\phi 0.5$ mm のバスケット型押し出し造粒機にて造粒し、整粒後乾燥させ、活性成分としてアセフェート 20.0%を含むの内核粒子100部を得た。

【0061】外郭の原料粉末は、ダイアジノン原体 4.0部をホワイトカーボン 6.0部に吸着させて、カルボキシメチルセルロース 5.0部およびクレー 85.0部と一緒にハンマーミルで混合し、活性成分としてダイアジノン 4.0%を含む粉末状原料100部を得る。この粉末状原料75部を双腕ニーダーに入れ、これに17部の水を加えて行き、よく混練する。そして、これに上記で得た内核粒子25部を加え、合計100部としてさらによく混練後、 $\phi 1.0$ mm のバスケット型押し出し造粒機にて造粒する。整粒し、乾燥して、篩別後、活性成分としてアセフェートを 5.0%とダイアジノン 3.0%を含む殺虫混合粒剤100部を得た。

【0062】比較例1～2

実施例1で調製するとき、それぞれ別々に得た内核粒子と外郭粒子を、それぞれ単独で転動造粒機にて粒径 $\phi 0.8 \sim 1.5$ mm の粒度分布をもつ粒子を得るように転動造粒を行い、乾燥させて活性成分としてフェノチオール 4.2%を含む除草粒剤（比較例1）とブタクロール 9.0%を含む除草粒剤（比較例2）を得た。

【0063】比較例3

実施例1で調製するとき、それぞれ別々に得た内核粒子と外郭粒子を単純に混合し、これを転動造粒機にて粒径 $\phi 0.8 \sim 1.5$ mm の粒度分布をもつ粒子を得るように転動造粒を行い、乾燥させて、活性成分としてフェノチオール 2.1%とブタクロール 4.5%を含む除草混合粒剤を得た。

【0064】比較例4～5

実施例3で調製するとき、それぞれ別々に得た内核粒子と外郭粒子を、それぞれ単独で転動造粒機にて粒径 $\phi 0.8 \sim 1.5$ mm の粒度分布をもつ粒子を得るように転動造粒を行い、乾燥させて、活性成分としてアセフェート 10.0%を含む殺虫粒剤（比較例4）とダイアジノン 6.0%を含む殺虫粒剤（比較例5）を得た。

【0065】比較例5

実施例1で調製するとき、それぞれ別々に得た内核粒子と外郭粒子を単純に混合し、これを転動造粒機にて粒径 $\phi 0.8 \sim 1.5$ mm の粒度分布をもつ粒子を得るように転動造粒を行い、乾燥させて、活性成分としてアセフェート 5.0%とダイアジノン 3.0%を含む殺

虫混合粒剤を得た。

【0066】試験例1 農薬活性成分の経時的安定性試験

実施例1～5に準じて調製した農薬粒剤を、40℃にて加温虐待し、30日後、60日後、90日後に粒剤中の農薬活性成分の量(g)を分析し、初期含量(g)に基づく残存率(%)を算出した。

*【0067】また、比較のため、前記の比較例1～6で準じて調製した農薬粒剤を、同様に加温虐待し、それぞれに含まれる農薬活性成分の量(g)を測定し、残存率(%)を求め、比較例1～6とした。

【0068】得られた試験結果を表1、2に示す。

【0069】

* 【表1】

供試粒剤 の製造例	40℃加温虐待後の活性成分安定性（残存率：％）						隔離用フィルム形成物質 および製造方法
	フェノチオール			ブタクロール			
	30日後	60日後	90日後	30日後	60日後	90日後	
実施例1	98	95	92	100	98	97	転動 造粒
実施例2	99	96	94	100	99	98	酢酸ビニル－エチレン 共重合体 1％ 転動 造粒
実施例2	99	98	96	100	99	97	酢酸ビニル－エチレン－ 塩化ビニル共重合体 1％ 転動 造粒
実施例2	98	96	95	99	98	97	酢酸ビニル－エチレン－ アクリル共重合体 1％ 転動 造粒
実施例2	99	97	96	99	98	97	ヒドロキシプロピルメチ ルセルロース 1％ 転動 造粒
比較例1	99	97	95	－	－	－	フェノチオール単剤 転動 造粒
比較例2	－	－	－	100	99	98	ブタクロール単剤 転動 造粒
比較例3	91	80	67	94	87	81	非隔離混合粒剤 転動 造粒

【0070】

【表2】

供試粒剤 の製造例	40℃加温維持後の活性成分安定性（残存率：％）						隔離用フィルム形成物質 および製造方法
	アセフエート			ダイアジノン			
	30日後	60日後	90日後	30日後	60日後	90日後	
実施例3	98	96	95	96	94	91	転動 造粒
実施例4	99	97	96	97	95	92	酢酸ビニル－エチレン 共重合体 1％ 転動 造粒
実施例4	99	98	97	96	95	92	酢酸ビニル－エチレン－ 塩化ビニル共重合体 1％ 転動 造粒
実施例4	98	97	96	98	96	93	ヒドロキシプロピルメチ ルセルロース 1％ 転動 造粒
実施例5	99	97	95	96	94	90	押出 造粒
比較例4	99	98	97	－	－	－	アセフエート単剤 転動 造粒
比較例5	－	－	－	97	95	92	ダイアジノン単剤 転動 造粒
比較例6	92	83	72	90	79	65	非隔離混合粒剤 転動 造粒

【0071】

【発明の効果】本発明の農薬粒剤は、次のような効果を有する。

①農薬活性成分の長期保存安定性が、大幅に向上する。

②農薬活性成分の安定性が悪く、混合剤を調製できなかった農薬混合粒剤の開発ができるようになる。

③本発明の粒剤の製造方法、散布方法は従来技術をそのまま利用できる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁶

/(A 0 1 N 37/38

37:36)

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所